SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-6989.19-2004

Air dan air limbah – Bagian 19: Cara uji klorida (Cl^-) dengan metode argentometri (mohr)

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

ICS 13.060.50

Badan Standardisasi Nasional

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Acuan normatif 1
3 Istilah dan definisi 1
4 Cara uji 1
4.1 Prinsip 1
4.2 Bahan 2
4.3 Peralatan 2
4.4 Persiapan contoh uji 3
4.5 Persiapan pengujian 3
4.6 Prosedur 4
4.7 Perhitungan 4
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu 5
5.1 Jaminan mutu 5
5.2 Pengendalian mutu 5
6 Rekomendasi 5
Lampiran A Pelaporan 6

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Prakata

Dalam rangka menyeragamkan teknik pengujian kualitas air dan air limbah sebagaimana telah ditetapkan dalam Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air, Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air dan Nomor 37 Tahun 2003 tentang Metode Analisis Pengujian Kualitas air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air dan air limbah sebagaimana yang tercantum didalam Keputusan Menteri tersebut.

Metode ini merupakan hasil kaji ulang dari SNI yang telah kadaluarsa dan menggunakan referensi dari metode standar internasional Standard Methods. Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis Kualitas Air, Panitia Teknis 207S Bidang Manajemen Lingkungan, dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 30 Januari 2004 di Serpong, Tangerang – Banten.

Metode ini berjudul *Air dan air limbah – Bagian 19: Cara uji klorida (Cl^-) dengan metode argentometri (mohr)* yang merupakan revisi dari SNI 06-2431-1991 dengan judul *Metode pengujian khlorida dalam air dengan argentometrik mohr.*

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Air dan air limbah – Bagian 19: **Cara uji klorida (Cl^-) dengan metode argentometri (mohr)**

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan kadar klorida (Cl^-) dalam air dan air limbah dengan metode argentometri cara *mohr* pada kisaran kadar 1,5 mg/L sampai dengan 100 mg/L.

2 Acuan normatif

Standard Methods, 4500, 20th edition, 1998, Standard Methods for the examination of water and wastewater.

SNI 06-2412-1991, *Metode pengambilan contoh uji kualitas air.*

3 Istilah dan definisi

3.1
larutan baku klorida, Cl^-
larutan yang mempunyai kadar klorida, Cl^- yang diencerkan dengan air suling sampai kadar tertentu

3.2
larutan blanko bebas klorida
air suling yang tidak mengandung klorida atau mengandung klorida dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi

3.3
blind sample
larutan baku dengan kadar tertentu, yang dibuat oleh seorang analis atau penyelia untuk diuji kadarnya oleh analis yang lain

3.4
spike matrix
contoh uji yang diperkaya menggunakan larutan baku dengan kadar tertentu

3.5
***certified Reference Material* (CRM)**
bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Senyawa klorida dalam contoh uji air dapat dititrasi dengan larutan perak nitrat dalam suasana netral atau sedikit basa (pH 7 sampai dengan pH 10), menggunakan larutan indikator kalium kromat. Perak klorida diendapkan secara kuantitatif sebelum terjadinya titik akhir titrasi, yang ditandai dengan mulai terbentuknya endapan perak kromat yang berwarna merah kecoklatan.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

4.2 Bahan

a) air suling bebas klorida;

b) larutan natrium klorida (NaCl) 0,0141 N;
 1) Keringkan serbuk NaCl dalam oven pada suhu 140°C selama 2 jam, kemudian dinginkan dalam desikator.
 2) Timbang 824 mg NaCl kering, kemudian larutkan dengan air suling bebas klorida di dalam labu ukur 1000 mL. Tepatkan sampai tanda tera dengan air suling bebas klorida. Larutan ini mempunyai kadar klorida 500 μg Cl^-/mL.

c) kertas saring bebas klorida berukuran pori 0,45 μm;

d) larutan indikator kalium kromat (K_2CrO_4) 5% b/v;
Larutkan 5,0 g K_2CrO_4 dengan sedikit air suling bebas klorida. Tambahkan larutan $AgNO_3$ sampai mulai terbentuk endapan merah kecoklatan yang jelas. Biarkan 12 jam, lalu di saring. Filtrat yang diperoleh diencerkan dengan air suling bebas klorida hingga volume 100 mL.

e) larutan baku perak nitrat ($AgNO_3$) 0,0141 N;
Larutkan 2,395 g $AgNO_3$ dengan air suling bebas klorida dalam labu ukur 1000 mL dan tepatkan sampai tanda tera. Lakukan pembakuan dengan menggunakan larutan NaCl 0,0141 N. Simpan di dalam botol berwarna coklat.

f) suspensi ammonium hidroksida;
Larutkan 125 g $Al(K)(SO_4)_2.12H_2O$ atau Al(NH4)(SO4)2.12H2O dalam 1000 mL air suling bebas klorida. Panaskan 60oC dan tambahkan 55 mL NH4OH pekat secara perlahan sambil di aduk. Biarkan selama 1 jam, pindahkan ke dalam botol dan cuci endapannya dengan cara di tambah air suling bebas klorida, di aduk dan dienaptuangkan. Lakukan hal tersebut secara berulang-ulang sampai bebas klorida. Tambahkan air suling bebas klorida sampai volume mendekati 1000 mL.

g) indikator fenol ftalein;

h) larutan natrium hidroksida (NaOH) 1N;

i) larutan asam sulfat (H_2SO_4) 1N; dan

j) hidrogen peroksida (H_2O_2) 30%.

4.3 Peralatan

a) buret 50 mL atau alat titrasi lain dengan skala yang jelas;
b) labu erlenmeyer 100 mL dan 250 mL;
c) labu ukur 100 dan 1000 mL;
d) gelas ukur 100 mL;
e) pipet volume 25 mL dan 50 mL;
f) pipet ukur 10 mL;
g) gelas piala 250 mL dan 1000 mL;
h) spatula;
i) alat pengukur pH;
j) pengaduk magnet;

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

k) corong gelas;
l) pemanas listrik;
m) timbangan analitik;
n) gelas arloji;
o) oven;
p) botol semprot;
q) botol cokelat; dan
r) desikator.

4.4 Persiapan contoh uji

a) Sediakan contoh uji sesuai dengan metode SNI 06-2412-1991.
b) Gunakan volume contoh uji air maksimum 100 mL atau jumlah yang sesuai dan diencerkan hingga volume 100 mL.
c) Jika contoh uji air berwarna pekat, tambahkan 3 mL suspensi $Al(OH)_3$, aduk, biarkan mengendap kemudian di saring.
d) Jika contoh uji air mengandung sulfida, sulfit atau tiosulfat, tambahkan 1 mL H_2O_2 30% dan aduk selama 1 menit.
e) Apabila contoh uji keruh, saring dengan kertas saring berukuran pori 0,45 μm.
f) Jika pH tidak pada kisaran 7 sampai dengan 10, atur dengan menambahkan larutan NaOH 1N atau H_2SO_4 1N.

4.5 Persiapan pengujian

Pembakuan larutan baku perak nitrat ($AgNO_3$) dengan NaCl 0,0141 N

a) Pipet 25 mL larutan NaCl 0,0141 N, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 100 mL. Buat larutan blanko menggunakan 25 mL air suling.
b) Tambahkan 1 mL larutan indikator K_2CrO_4 5% b/v dan diaduk.
c) Titrasi dengan larutan $AgNO_3$ sampai terjadi warna merah kecoklatan.
d) Catat volume larutan $AgNO_3$ yang digunakan untuk contoh uji (A mL) dan blanko (B mL).
e) Lakukan pengukuran duplo. Bila standar deviasi (SD) kadar klorida secara duplo lebih besar dari 5%, maka dilakukan titrasi yang ketiga.
f) Catat volume $AgNO_3$ yang digunakan, kemudian dirata-ratakan.
g) Hitung normalitas larutan baku $AgNO_3$ dengan cara sebagai berikut:

$$N\ AgNO_3 = \frac{V_1.N_1}{V_A - V_B}$$

dengan pengertian:

$N\ AgNO_3$ adalah normalitas larutan baku $AgNO_3$ (mgrek/mL);
V_A adalah volume larutan baku $AgNO_3$ untuk titrasi larutan NaCl (mL);
V_B adalah volume larutan baku $AgNO_3$ untuk titrasi blanko (mL);
N_1 adalah normalitas larutan NaCl yang digunakan (mgrek/mL);
V_1 adalah volume larutan NaCl yang digunakan (mL).

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

4.6 Prosedur

a) Gunakan 100 mL contoh uji air secara duplo, masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL. Buat larutan blanko.

b) Tambahkan 1 mL larutan indikator K_2CrO_4 5%

c) Titrasi dengan larutan baku $AgNO_3$ sampai titik akhir titrasi yang ditandai dengan terbentuknya endapan berwarna merah kecoklatan dari Ag_2CrO_4. Catat volume $AgNO_3$ yang digunakan.

d) Lakukan titrasi blanko, seperti langkah 4.6.c. sampai dengan 4.6.d) terhadap 100 mL air suling bebas klorida (titrasi larutan blanko biasanya memerlukan 0,2 mL sampai dengan 0,3 mL larutan baku $AgNO_3$).

e) Ulangi titrasi tersebut tiga kali (dengan titik akhir titrasi yang konsisten), rata-ratakan volume $AgNO_3$ yang diperoleh.

f) Buat *spike matrix* dengan cara sebagai berikut :
Ambil 95 mL contoh uji yang memiliki pH 7 sampai dengan pH 10, tambahkan 5,0 mL larutan baku natrium klorida, NaCl 0,0141 N. Masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL. Lakukan langkah 4.6 b) sampai dengan 4.6 c)

4.7 Perhitungan

4.7.1 Kadar klorida

Hitung kadar klorida dalam contoh uji dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar } Cl^- \text{ (mg/L)} = \frac{(A - B) \times N \times 35{,}450}{V}$$

dengan pengertian :
A adalah volume larutan baku $AgNO_3$ untuk titrasi contoh uji (mL)
B adalah volume larutan baku $AgNO_3$ untuk titrasi blanko (mL)
N adalah normalitas larutan baku $AgNO_3$ (mgrek/mL)
V adalah volume contoh uji (mL)

4.7.2 Perhitungan kadar NaCl

$$\text{mg/L NaCl} = (\text{mg/L } Cl^-) \times 1{,}65$$

4.7.3 Persen temu balik (% *Recovery*, % R)

Persen temu balik dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\%\,R = \frac{A - B}{C} \times 100\,\%$$

dengan pengertian:

R adalah *recovery*;

A adalah kadar contoh uji yang di *spike* (mg/L);

B adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike* (mg/L);

C adalah kadar standar yang diperoleh (*target value*), (mg/L).

$$C = \frac{Y \times Z}{V}$$

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

dengan pengertian:

Y adalah volume standar yang ditambahkan (mL);

Z adalah kadar klorida yang ditambahkan (mg/L);

V adalah volume akhir (mL).

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia murni pro analisis (p.a.).

b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan dan terkalibrasi.

c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.

d) Gunakan air suling bebas klorida untuk pembuatan semua pereaksi dan blanko.

e) Lakukan uji dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu simpan maksimum (*holding time*).

5.7 Pengendalian mutu

a) Lakukan uji blanko untuk kontrol kontaminasi. Kadar klorida dalan larutan blanko harus lebih kecil dari batas deteksi.

b) Lakukan uji secara duplo untuk kontrol ketelitian. Perbedaan pemakaian larutan $AgNO_3$ secara duplo tidak boleh lebih besar dari 0,10 mL.

6 Rekomendasi

Kontrol akurasi

a) Analisis CRM

Lakukan analisis *Certified Reference Material* (CRM) untuk kontrol akurasi.

b) Lakukan pengujian *blind sample*.

c) Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.

d) Untuk kontrol gangguan matriks lakukan uji *spike matrix*. Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.

e) Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi pengujian.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis dan tanda tangan.
3) Tanggal pengujian.
4) Rekaman volume titrasi
5) Nomor contoh uji.
6) Tanggal penerimaan contoh uji.
7) Batas deteksi.
8) Perhitungan.
9) Hasil pengukuran duplo.
10) Hasil pengukuran blanko.
11) Hasil pengukuran persen *spike matrix* dan CRM atau *blind sample*.
12) Kadar klorida dalam contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id